

## ATIVIDADE BIOLÓGICA DO LAPACHOL E DE ALGUNS DERIVADOS SOBRE O DESENVOLVIMENTO FÚNGICO E EM GERMINAÇÃO DE SEMENTES

Marco Andre Alves de Souza\*, Andrea Rosane da Silva, Marcio Alcântara Ferreira, Marcela Jacques de Lemos, Rafael Gonçalves Ramos, Aurélio Baird Buarque Ferreira e Sonia Regina de Souza

Departamento de Química, Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, BR 465, km 7, 23890-000 Seropédica – RJ, Brasil

As preparações e os dados espectroscópicos das substâncias 1-4 estão distribuídos na literatura, em alguns casos em teses de difícil acesso. Para maior comodidade, estão reunidas a seguir estas informações. (Os espectros foram feitos nos seguintes equipamentos: <sup>1</sup>H e <sup>13</sup>C RMN: Bruker Ac 200 ou Bruker Avance 500 (CDCl<sub>3</sub>, TMS); I.V.: Perkin-Elmer 1605 (pastilhas de KBr); CG-EM-IE: Varian Saturn 2000 (70 eV, coluna VF5MS) e E.M.-E.S.(*electrospray*): Micromass ZQ).

**Extração do lapachol (1):** Os veios amarelos no lenho do ipê são selecionados e moídos. Extrai-se com sol. aq. a 2,5% de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (4 L sol./kg de pó). Filtra-se a solução vermelho-vinho e neutraliza-se com HCl ou H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 N (na neutralização desaparece a cor avermelhada e surgem grumos amarelos). Filtra-se a pasta amarelada de lapachol, que é recristalizado de etanol. (Rendimento ≈ 1,5% (p/p).) IV: 3351-2967; 2914-2853; 1642; 1589; 791-724 cm<sup>-1</sup>. <sup>1</sup>H RMN: δ 8,1 (dd, *J* = 1,4; 6,2; 1H); 8,0 (dd, *J* = 1,4; 7,6; 1H); 7,7 (dt, *J* = 1,4; 6,2; 1H); 7,6 (dt, *J* = 1,4; 7,3; 1H); 5,1 (t, *J* = 7,3; 1H); 3,3 (d, *J* = 7,3; 2H); 1,7 (s, 3H); 1,6 (s, 3H). <sup>13</sup>C RMN: δ 185,5; 181,6; 152,6; 134,7; 133,8; 132,8; 129,3; 126,7; 126,0; 119,6; 25,7; 22,6; 17,8. EM (IE): *m/z* (%) 242 (15); 228 (16); 227 (100); 199 (7); 115(5); 105(4); 77(7). P.f.: 139-140 °C.

**Síntese da β-lapachona (2):** Em um bécher em banho de gelo, adiciona-se 5 g de lapachol a 15 mL de ácido sulfúrico concentrado gelado, de uma só vez. Agita-se por aproximadamente 10 min e verte-se em 500 mL de água destilada gelada. Filtra-se o sólido laranja e recristaliza-se de etanol. (Rendimento: 70%.) IV: 2975-2928; 1639 e 1596; 1565; 1224; 895 cm<sup>-1</sup>. <sup>1</sup>H RMN: δ 8,0 (dd, *J* = 1,4; 6,9; 1H); 7,8

(dd, *J* = 1,1; 7,7; 1H); 7,6 (dt, *J* = 1,3; 7,4; 1H); 7,5 (dt, *J* = 1,1; 7,4; 1H); 2,5 (t, *J* = 6,7; 2H); 1,8 (t, *J* = 6,7; 2H); 1,4 (s, 6H). <sup>13</sup>C RMN: δ 179,5; 178,4; 162,0; 134,7; 132,5; 130,5; 130,0; 128,4; 124,0; 112,6; 79,2; 31,4; 26,6; 16,0. EM (IE): *m/z* (%) 242 (100); 227 (10); 214 (40); 199 (20); 158 (40); 159 (100); 181 (20); p.f.: 154-156 °C.

**Síntese da α-lapachona (3):** Em um balão, dissolvem-se 5 g de lapachol em uma mistura de 5 mL de ácido acético glacial e 13 mL de HCl conc. Após 1,5 h de aquecimento a 100 °C com agitação, adiciona-se água até completar a precipitação do sólido amarelo claro, que é filtrado e recristalizado de etanol. (Rendimento: 68%.) IV: 2972-2938; 1681 e 1638; 1573; 1268; 885 cm<sup>-1</sup>. <sup>1</sup>H RMN: δ 8,0 (m, 2H); 7,6 (m, 2H); 2,5 (t, *J* = 6,7; 2H); 1,8 (t, *J* = 6,7; 2H); 1,4 (s, 6H); <sup>13</sup>C RMN: δ 184,4; 180,0; 154,6; 133,9; 132,9; 132,1; 131,2; 126,0; 126,3; 120,2; 78,2; 31,5; 26,5; 16,8. EM (IE): *m/z* (%) 242 (40); 227 (100); 209 (5); 199 (10); 181 (10). P.f.: 119-120 °C.

**Síntese do ácido β-lapachona-3-sulfônico (4):** Agita-se uma suspensão de 2,42 g de lapachol em anidrido acético (10 mL) e adiciona-se gota a gota 0,6 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> conc., mantendo-se a temperatura entre 20 e 30 °C. O produto vermelho precipita e a reação termina com o desaparecimento do lapachol na cromatografia em camada fina. Após resfriar, filtra-se e lava-se com éter seco. (Rendimento: 88%.) IV: 3544-3353; 1653 e 1596; 1565; 1240; 281 cm<sup>-1</sup>. <sup>1</sup>H RMN: δ 7,9 (d, *J* = 7,2; 1H); 7,7 (m, 2H); 7,6 (t, *J* = 6,0; 1H); 2,8 (m, 2H); 2,4 (m, 1H); 1,7 (s, 3H); 1,4 (s, 3H). <sup>13</sup>C RMN: δ 179,0; 177,5; 159,7; 134,9; 131,8; 130,7; 129,9; 127,7; 123,7; 112,8; 81,9; 59,4; 28,6; 21,0; 20,4. EM (ES, íons negativos) *m/z* (%); 321,2 ([M-1]); 100.